

S3 1 PN="JP 1301760"
?t /3,ab/all

3/3,AB/1
DIALOG(R)File 351:DERWENT WPI
(c)1999 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

008133328
WPI Acc No: 90-020329/199003
XRAM Acc No: C90-009143

Aq. pigment dispersion for writing ink, liq. cosmetics, etc. - comprises pigment dispersed in water using nonionic and/or anionic surfactant

Patent Assignee: PENTEL KK (PENL)
Number of Countries: 001 Number of Patents: 001
Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Main IPC	Week
JP 1301760	A	19891205	JP 88132405	A	19880530		199003 B

Priority Applications (No Type Date): JP 88132405 A 19880530
Language, Pages: JP 1301760 (6)

Abstract (Basic): JP 1301760 A

Aq. pigment dispersion is characterised in that the pigment, to whose surface higher fatty acid and/or its salt is absorbed or linked is dispersed in water using nonionic and/or anionic surfactant with more than 8 of HLB.

USE/ADVANTAGE - The aq. pigment dispersion is useful for prepg. writing ink, liq. cosmetics etc. and for colouring recording liq. for ink jet printing etc. The pigment has improved shelf stability and generates almost no pptn. due to the passage of time.

In an example, 30.0 pts.wt. of 'Sikomet Black 85' (RTM: black iron oxide pigment) was kneaded together with 10.0 pts.wt. of oleic acid. To the mixt. was added 5.0 pts.wt. of 'Nikkol HLB = 55.0 pts.wt. of pure water, while agitating, gradually, so that black pigment aq. dispersion was obtd.

0/0

(54) WATER-BASED PIGMENT DISPERSION

- (11) 1-301760 (A) (43) 5.12.1989 (19) JP
 (21) Appl. No. 63-132405 (22) 30.5.1988
 (71) PENTEL K.K. (72) IKUO TAKAGISHI(1)
 (51) Int. Cl. C09C3/10, A61K7/02, C09D11/00, C09D11/16

PURPOSE: To obtain the subject dispersion in a stable dispersion state suitable as a colorant in recording liquids for inks of writing utensils, jet printing, etc., by dispersing a pigment prepared by adsorbing a higher fatty acid (salt) on the surface, etc., in water using a nonionic surfactant, etc., having a high HLB value.

CONSTITUTION: The objective dispersion obtained by dispersing a pigment prepared by adsorbing or binding a higher fatty acid (e.g. lauric or stearic acid) and/or a salt thereof on the surface thereof in water using a nonionic surfactant (preferably polyoxyethylene alkyl ether, polyoxyethylene fatty acid ester, etc.) and/or an anionic surfactant (preferably polyoxyethylene alkyl ether sulfate, etc.) having ≥ 8 HLB.

(54) AQUEOUS COATING AGENT COMPOSITION

- (11) 1-301761 (A) (43) 5.12.1989 (19) JP
 (21) Appl. No. 63-130178 (22) 30.5.1988
 (71) DAINIPPON INK & CHEM INC (72) YOSHIKI HASEGAWA(3)
 (51) Int. Cl. C09D3/72, C09D3/81, C09D5/02

PURPOSE: To obtain the subject composition, consisting of a specific aqueous polyurethane resin and aqueous dispersion of an acrylic copolymer and having elasticity and abrasion resistance of the urethane resin functionally combined with weather resistance and toughness of the acrylic resin.

CONSTITUTION: The objective composition, consisting of (A) an aqueous polyurethane resin prepared by reacting diisocyanates with glycols containing carboxylic acid group-containing glycols, neutralizing the resultant urethane prepolymer and extending the chain with a hydrazine derivative and (B) an aqueous dispersion of an acrylic copolymer containing a carbonyl group- or amide group-containing monomer in an amount of ≥ 0.5 pt.wt. based on 100pts.wt. total polymerizable monomers in constituent monomers of the acrylic copolymer and using the components (A) and (B) at 100/5-5/100 weight ratio of the components (A)/(B).

(54) AQUEOUS COATING AGENT COMPOSITION

- (11) 1-301762 (A) (43) 5.12.1989 (19) JP
 (21) Appl. No. 63-130179 (22) 30.5.1988
 (71) DAINIPPON INK & CHEM INC (72) YOSHIKI HASEGAWA(3)
 (51) Int. Cl. C09D3/72, C09D3/727//C08F2/44, C08F283/00, C08L75/04

PURPOSE: To obtain the subject composition having elasticity, abrasion, weather resistance and toughness, by polymerizing a radically polymerizable acrylic monomer containing a carbonyl group- or amide group-containing monomer in the presence of a specific aqueous polyurethane resin.

CONSTITUTION: The objective composition obtained by polymerizing (B) a radically polymerizable acrylic monomer containing a carbonyl group- or amide group-containing monomer in an amount of ≥ 0.5 pt.wt. based on 100pts.wt. total polymerizable monomers in the presence of (A) an aqueous polyurethane resin prepared by reacting diisocyanates with glycols containing carboxylic acid group-containing glycols, neutralizing the resultant urethane prepolymer and extending the chain with a hydrazine catalyst at 100/5-5/100 solid weight ratio of the components (A)/(B).

⑫ 公開特許公報(A)

平1-301760

⑬ Int. Cl.⁴C 09 C 3/10
A 61 K 7/02C 09 D 11/00
11/16

識別記号

PBW

PSZ
101
PUC

庁内整理番号

7038-4J
J-7306-4C
P-7306-4C
A-7038-4J

⑭ 公開 平成1年(1989)12月5日

7038-4J 審査請求 未請求 請求項の数 1 (全6頁)

⑮ 発明の名称 水性顔料分散体

⑯ 特 願 昭63-132405

⑰ 出 願 昭63(1988)5月30日

⑱ 発 明 者 高 岸 郁 夫 埼玉県草加市吉町4-1-8 ベンテる株式会社草加工場
内⑲ 発 明 者 川 端 克 彦 埼玉県草加市吉町4-1-8 ベンテる株式会社草加工場
内

⑳ 出 願 人 ベンテる株式会社 東京都中央区日本橋小網町7番2号

明 細 書

1. 発明の名称

水性顔料分散体

2. 特許請求の範囲

高級脂肪酸及び／又はその塩を表面に吸着又は結合させた顔料を、HLBが8以上の非イオン系界面活性剤及び／又は陰イオン系界面活性剤を用いて水中に分散したことを特徴とする水性顔料分散体。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、分散の安定な、経時的な沈降が少ない水性顔料分散体に関し、筆記具用インキ、液状化粧料やジェット印刷用等の記録液の着色剤として好適に使用できる水性顔料分散体に関するものである。

(従来の技術)

近年、筆記具用インキ、液状化粧料やジェット印刷用等の記録液の着色剤として、染料の代わりに顔料が、その耐水性、耐候性に優れる故

に多く用いられてきている。しかしながら、顔料は、染料と異なり、水に対して溶解性がない、又は、ほとんど無いという性質を有しているため、顔料を水中に安定に分散させる方法として、従来、顔料を液体に濡れ易くし、しかも経時的に顔料の沈降を防止する分散剤として各種界面活性剤や水溶性樹脂等を単独或いは併用して用い、3本ロールミルやサンドミル等の分散機を用いて顔料粒子径を微細化する方法が一般的に行なわれている。

(発明が解決しようとする課題)

しかしながら、上記従来の分散方法では、ある程度分散が安定で、経時的な沈降が少ない水性顔料分散体は得られるものの、十分な分散の安定性や、沈降の防止が達成されているものとは言い難く、従来の分散方法によって得た水性顔料分散体を着色剤として用いた筆記具用インキ、液状化粧料やジェット印刷用等の記録液は、経時的な沈降によるインキ吐出部分での目詰り等の問題を発生する場合があった。

そこで本発明は、筆記具用インキ、液状化粧料やジェット印刷用等の記録液の着色剤として好適に使用できる、分散の安定な、経時的な沈降が少ない水性顔料分散体を提供することを目的とする。

(課題を解決するための手段)

本発明は、高級脂肪酸及び／又はその塩を表面に吸着又は結合させた顔料を、HLBが8以上の非イオン系界面活性剤及び／又は陰イオン系界面活性剤を用いて水中に分散したことを特徴とする水性顔料分散体を要旨とするものである。

以下、本発明を詳細に説明する。

高級脂肪酸及び／又はその塩は、顔料の表面に吸着又は結合することにより、該顔料表面を一旦親油性とし、後述するHLBが8以上の非イオン系界面活性剤及び／又は陰イオン系界面活性剤による前記顔料の水中への分散を良好にするために用いられるものであって、具体的には、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、

ステアリン酸、オレイン酸、ベヘニン酸、ウンデシレン酸、ラノリン酸、イソステアリン酸等や、これらのアルカリ金属塩、アルカノールアミン塩が用いられ、その使用量は、顔料に対し1～100重量%が好ましい。

HLBが8以上の非イオン系界面活性剤及び／又は陰イオン系界面活性剤は、前記高級脂肪酸及び／又はその塩により表面を親油化された顔料を、ミセル化して水中に安定に分散させるために使用するものであって、HLBが8以上の非イオン系界面活性剤として従来知られているものが特に限定無く使用できるが、中でもポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルアミン等が好ましく用いられ、陰イオン系界面活性剤もまた特に限定無く使用できるが、中でもアルキル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩、アルキルスルホコハク酸塩、N-ア

- 3 -

シルアミノ酸塩等が好ましく用いられ、その使用量は、顔料に対し5～70重量%が好ましい。

尚、HLBが8未満の非イオン系界面活性剤は、水に対する溶解性が小さく分散効果が非常に弱いので用いられない。

顔料は、着色剤として用いられるものであって、従来公知の顔料が使用でき、具体例としては、酸化チタン、カーボンブラック、黒酸化鉄、黄酸化鉄、赤酸化鉄、群青、紺青、コバルトブルー、クロムグリーン、酸化クロム、ハンザエロー10G、同5G、同3G、同G、同GR、同A、ベンジジンエロー、パーマネントエローNCG、タートラジンレーキ、キノリンエロー、スターン1、パーマネントオレンジ、インダンスレンブリリアントオレンジGK、パーマネントブラウンFG、パラブラウン、パーネントレッド4R、ファイヤーレッド、ブリリアントカーミンBS、ピラズロンレッド、レーキレッドC、ブリリアントカーミン6B、ボルドー5B、チオインジゴレッドB、ファストバイオレット

- 4 -

B、ジオキサンバイオレット、アルカリブルーレーキ、フタロシアニンブルー、インジゴ、アシットグリーンレーキ、フタロシアニングリーン等が用いられる。

水は分散媒として用いられるものである。

本発明に係る水性顔料分散体を得るには、まず、前記顔料と、前記高級脂肪酸及び／又はその塩とを混合し、これを3本ロールミル、サンドミル等の従来公知の分散機にて分散させたものに、前記HLBが8以上の非イオン系界面活性剤及び／又は陰イオン系界面活性剤を加え、混合し、これを、攪拌しながら水中に徐々に加え水性顔料分散体とする方法、顔料と、前記高級脂肪酸及び／又はその塩の有機溶剤溶液とを混合し、これを従来公知の分散機にて分散させた後、有機溶剤を留去させたものに、前記HLBが8以上の非イオン系界面活性剤及び／又は陰イオン系界面活性剤を加え、混合し、これを、攪拌しながら水中に徐々に加え水性顔料分散体とする方法、前記高級脂肪酸及び／又はその塩

を表面に吸着又は結合させた顔料を、前記 HLB が 8 以上の非イオン系界面活性剤及び／又は陰イオン系界面活性剤を溶解した水溶液に加え攪拌して水性顔料分散体とする方法等が例としてあげられる。

以上の必須成分によって得られた水性顔料分散体は、筆記具用インキ、液状化粧料やジェット印刷用等の記録液の着色剤として用いられるが、この時前記筆記具用インキ、液状化粧料やジェット印刷用等の記録液各々が必要とする品質特性を満足させるために、必要に応じて、前記筆記具用インキ、液状化粧料やジェット印刷用等の記録液に従来用いられている、補色用の各種染料や、乾燥防止又は保湿剤として尿素、チオ尿素、エチレン尿素及び各誘導体、グリコール類、グリコールエーテル類、グリセリン等の水溶性有機溶剤や、各種防腐・防霉剤や、粘度調節剤、沈降防止助剤としてゼラチン、アルブミン、カゼイン等のタンパク質、アラビアゴム、トラガントゴム等の水溶性天然ゴム類、サ

ポニン等のグルコシド類、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース等のセルロース誘導体、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリエチレングリコールといった水溶性高分子、pH 調整剤としての各種アルカリ化剤等を適宜添加することができる。

(作用)

本発明に係る水性顔料分散体は、表面に高級脂肪酸及び／又はその塩を吸着又は結合させた顔料を、HLB 8 以上の非イオン系界面活性剤及び／又は陰イオン系界面活性剤で水中に分散しているもので、顔料粒子が高級脂肪酸及び／又はその塩で包まれ、更に、HLB 8 以上の非イオン系界面活性剤及び／又は陰イオン系界面活性剤で包まれた一種のミセル状態となっているので、水中に安定に分散し、且つ、経時的な沈降も防止されるものと推測される。

(実施例)

以下、本発明を実施例により更に詳細に説明

- 7 -

するが、実施例、比較例中単に「部」とあるのは「重量部」を示す。

実施例 1

シコメットブラック 85 30.0 部

(黒酸化鉄、BASF 社製)

オレイン酸 10.0 部

ニッコール NP-10 5.0 部

(ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンノニルフェニルエーテル、HLB 16.5、日光ケミカルズ製)

精製水 55.0 部

上記成分中、先ずシコメットブラック 85 及びオレイン酸の全量をよく混合し均一にした後、これを 3 本ロールミルにて 10 回通しを行なった。このものに、ニッコール NP-10 全量を加えて 1 時間混合攪拌を行なった後、これを精製水全量に攪拌しながら徐々に加えて黒色の水性顔料分散体を得た。

実施例 2

コンジョウ 25.0 部

- 8 -

(紺青、大東化成工業製)

イソステアリン酸 10.0 部

ニッコール OTP-100 6.5 部

(ジ 2-エチルヘキシルスルホコハク酸ナトリウム、日光ケミカルズ製)

ベンゼン 10.0 部

精製水 48.5 部

上記成分中、先ず、イソステアリン酸をベンゼンに溶解し、これにコンジョウを加え 30 分間攪拌し、更に、サンドミルにて 1 時間分散した後ベンゼンを留去した。このものにニッコール OTP-100 全量を溶解させた精製水を加え、1 時間攪拌して青色の水性顔料分散体を得た。

実施例 3

赤色 226 号 20.0 部

(ヘリンドンピンク CN、大東化成工業製)

ラウリン酸ナトリウム 2.5 部

ミリスチン酸 2.5 部

エタノール 10.0 部

ニッコール B L - 2 1 2 . 5 部
(ポリオキシエチレンラウリルエーテル、H
L B 1 9 . 0、日光ケミカルズ製)

ニッコール S B L - 4 N 2 . 5 部
(ポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸
ナトリウム塩、日光ケミカルズ製)

精製水 6 0 . 0 部

上記成分中、先ず、ラウリン酸ナトリウム及
びミリスチン酸をエタノールに溶解し、これに
赤色 2 2 6 号を加え 3 0 分間攪拌し、更に、3
本ロールミルにて 1 0 回通しを行なった後エタ
ノールを留去した。このものにニッコール B L
- 2 1 及びニッコール S B L - 4 N 全量を溶解
させた精製水を加え、1 時間攪拌して赤色の水
性顔料分散体を得た。

実施例 4

M A - 1 0 0 3 0 . 0 部
(カーボンブラック、三菱化成工業製)
オレイン酸 1 0 . 0 部
ニッコール N P - 1 0 5 . 0 部

- 11 -

ペプタイド P A - 1 0 0 5 . 0 部
(ポリペプタイド、沈降防止助剤、備ニッピ
製)

精製尿素 1 . 5 部

精製水 3 . 0 部

上記成分中、プロピレングリコールにメッキ
ンス M を溶解させたものに精製水を加え均一に
混合した後、ペプタイド P A - 1 0 0 及び精製
尿素を加え溶解させる。この溶液に実施例 1 で
得た水性顔料分散体を攪拌しながら徐々に加え、
黒色のアイライナーを得た。

応用例 2 (アイシャドウ)

実施例 2 で得た

水性顔料分散体 2 0 . 0 部
ニューサイド S C 0 . 3 部
(デヒドロ酢酸ナトリウム、防腐・防黴剤、日
本合成化学製)
ポバール P V A - 1 0 5 1 . 0 部
(ポリビニルアルコール、粘度調整剤、備ク
ラレ製)

- 13 -

(ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン
ノニルフェニルエーテル、H L B 1 6 . 5、
日光ケミカルズ製)

水酸化ナトリウム 0 . 6 部

精製水 5 4 . 4 部

上記成分中、先ずシ M A - 1 0 0 及びオレイ
ン酸の全量をよく混合し均一にした後、これを
3 本ロールミルにて 1 0 回通しを行なった。こ
のものに、ニッコール N P - 1 0 全量を加えて
1 時間混合攪拌を行なった後、これを予め水酸
化ナトリウム全量を溶解させた精製水に攪拌し
ながら徐々に加えて黒色の水性顔料分散体を得
た。

応用例 1 (アイライナー)

実施例 1 で得た

水性顔料分散体 8 0 . 0 部
プロピレングリコール 1 0 . 0 部
メッキンス M 0 . 5 部
(パラオキシ安息香酸メチル、防腐・防黴剤、
上野製薬製)

- 12 -

精製水 7 8 . 7 部

上記成分中精製水 6 3 . 7 部にグリセリンと
ニューサイド S C とを溶解させたものに、実施
例 2 で得た水性顔料分散体を攪拌しながら徐々
に加え 3 0 分間攪拌した後、これに予め精製水
1 0 部にポバール P V A - 1 0 5 を加熱溶解さ
せた溶液を加え、更に、2 0 分間攪拌して青色
のアイシャドウを得た。

応用例 3 (頬紅)

実施例 3 で得た

水性顔料分散体 2 0 . 0 部
1, 3 - ブチレングリコール 1 2 . 0 部
フェノキシエタノール 0 . 2 部
(防腐防黴剤、東邦化学工業製)
ペプタイド P A - 1 0 0 2 . 8 部
精製尿素 2 . 0 部
ケルギン L V 1 . 0 部
(アルギン酸ソーダ、粘度調整剤、三晶製)
精製水 6 2 . 0 部
上記成分中、1, 3 - ブチレングリコールに

- 14 -

フェノキシエタノールを溶解させ、これに予め精製水にペプタイドPA-100、精製尿素、ケルギンLVを溶解した溶液を加え、攪拌して均一にした後、これに実施例3で得た水性顔料分散体を攪拌しながら徐々に加え、更に、1時間攪拌して赤色の顔紅を得た。

応用例4 (筆記具用インキ)

実施例4で得た

水性顔料分散体	35.0部
エチレングリコール	15.0部
精製尿素	3.0部
グルーHG-132	0.4部
(JIS3種膠、沈降防止助剤、倣ニッピ製)	
ゼラトンBCA-30D	4.0部
(膠分解物、沈降防止助剤、サンオリエント化学製)	
プロクセルXL-2	2.0部
(1,2-ベンゾイソチアゾリン-3-オン、防腐・防黴剤、ICIジャパン製)	
精製水	40.6部

- 15 -

と同様になして青色の水性顔料分散体を得た。

該青色の水性顔料分散体を、応用例2における実施例2で得た水性顔料分散体の代わりに用いた以外は応用例2と同様になして青色のアイシャドウを得た。

比較例3 (顔紅)

赤色226号	20.0部
SMA-1000	6.0部
(スチレン-無水マレイン酸共重合体、アークケミカル社製)	
精製水	74.0部

上記成分中、赤色226号とSMA-1000と精製水20部とを混合し、3本ロールミルにて10回通しを行ない、これを残りの精製水中に攪拌しながら徐々に加え、赤色の水性顔料分散体を得た。

該赤色の水性顔料分散体を、応用例3における実施例3で得た水性顔料分散体の代わりに用いた以外は応用例3と同様になして赤色の顔紅を得た。

- 17 -

上記成分中、エチレングリコールにプロクセルXL-2を溶解させたものに精製水を加え均一に混合した後、グルーHG-132ゼラトンBCA-30D及び精製尿素を加え溶解させる。この溶液に実施例4で得た水性顔料分散体を攪拌しながら徐々に加え、黒色の筆記具用インキを得た。

比較例1 (アイライナー)

実施例1に於いてオレイン酸を除きその分精製水を加え、全成分を3本ロールミルにて10回通しを行なって黒色の水性顔料分散体を得た。

該黒色の水性顔料分散体を、応用例1における実施例1で得た水性顔料分散体の代わりに用いた以外は応用例1と同様になして黒色のアイライナーを得た。

比較例2 (アイシャドウ)

実施例2の成分中イソステアリン酸の代わりにニコールSS-10 (顔料表面の親油化剤、ソルビタンモノステアレート、HLB4.7、日光ケミカルズ製)を用いた以外は実施例2

- 16 -

比較例4 (筆記具用インキ)

実施例4に於いてオレイン酸を除きその分精製水を加え、全成分を3本ロールミルにて10回通しを行なって黒色の水性顔料分散体を得た。

該黒色の水性顔料分散体を、応用例4における実施例4で得た水性顔料分散体の代わりに用いた以外は応用例4と同様になして黒色の筆記具用インキを得た。

(効果)

以上応用例1~3、比較例1~3で得られた各化粧料を、試作の連通多孔を有するウレタンペン先又はナイロンフィラメントを束ねたペン先を塗布部として取付けた塗布具に充填し、又、応用例4、比較例4で得られた筆記具用インキを連通多孔を有するウレタンペン先を取付けた市販の筆ペン(ぺんてる筆ペン、ぺんてる製)に充填して試験用サンプルとし、品質試験を行った。(但し、応用例1、2及び比較例1、2はウレタンペン先を取付けた塗布具に、応用例3及び比較例3はナイロンフィラメントを束

ねたペン先を取付けた塗布具に各々充填した。)

表 1 に結果を示す。

表 1

	応用例				比較例			
	1	2	3	4	1	2	3	4
分散安定性試験*1	○	○	○	○	×	△	△	×
経時沈降性試験*2	○	○	○	○	△	×	△	△
経時目詰り試験*3	○	○	○	○	△	×	△	△

①分散安定性試験*1: 各化粧品を蓋付き試験管にいれ、冷熱サイクル(50℃⇄-5℃、1サイクル24時間にて、10サイクル)を行ない、顔料粒子の凝集状態を観察した。

○: 凝集なし

△: やや凝集あり

×: 凝集あり

②経時沈降性試験*2: 各化粧品を蓋付き試験管にいれ、室温にて6ヶ月間放置した後、沈降状態を観察した。

○: 沈降なし

△: やや沈降あり

×: 沈降が多い

③経時目詰り試験*3: 各化粧品及び筆記具用インキを充填したサンプルを、室温にて1ヶ月、ペン先を下向きにして放置した後、塗布(筆記)を行ない、その塗布(筆)跡を観察した。

○: 目詰り無く良好な塗布(筆)跡

△: 僅かに目詰りが発生し、書き初めの塗布(筆)跡がややかすれるが、すぐ良好な塗布(筆)跡になる

×: 目詰り有り塗布(筆)跡かすれる

以上、化粧品及び筆記具用インキを例にとって詳細に説明したように、本発明に係る水性顔料分散体は、分散が安定であり、経時的な沈降が生じにくいので、筆記具用インキ、液状化粧品やジェット印刷用等の記録液の着色剤として用いても、経時的な沈降によるインキ吐出部分での目詰り等の問題を発生せず、好適に使用できる水性顔料分散体である。

特許出願人 べんてる株式会社